Ti 合金粉末 HIP 材の超塑性鍛造

木 村 敏 郎, 西 野 良 夫
山 内 徹, 安 在 克 章

三菱マテリアル中央研究所, 〒330 大宮市北袋町1-297.

Superplastic Forging of Ti Powder Preforms

Toshio Kimura, Yoshio Nishino
Toru Yamauchi and Katsuaki Anzai

Mitsubishi Materials Corporation, Central Research Institute, 1-297 Kitabukuro-cho Omiya Saitama 330

Received June 28, 1991

Titanium alloy GT33 was designed by NRIM to have good superplasticity at working temperature and superior mechanical properties at service temperature.

We examined the processing characteristics, the mechanical properties and the superplastic behavior of P/M GT33 alloy. GT33 alloy powder was made by plasma rotary electrode process and equipment was improved to produce fine and rapidly solidified powder. Mean particle diameter was decreased from $180\mu\text{m}$ to $85\mu\text{m}$ and cell size was decreased from $6\mu\text{m}$ to $1\mu\text{m}$. The flow stress of HIP'ed preforms became to half of original one and superplastic elongation was doubled. HIP'ed GT33 preforms were successfully forged superplastically to $\phi 400\text{mm}$ fullscale model disc with twisted blades (blisc). The forged and double solution heat treated GT33 alloy showed a high strength to density ratio at 300°C up to $28.6 \times 10^6 \text{mm}$ with 11.3 % elongation.

Furthermore, 'dual property disk' which shows high strength at boss portion and high creep resistance at rim was made by partial hydride-dehydride process.

I 緒言

Ti合金は比強度特性に優れるが、難加工性であり、鍛造加工歩留の悪い材料である。この加工性の改善のために超塑性を利用して製品近似形状の成形を行うことは複雑形状部品を経済的に製造する方法であると考えられる。

金材研は、ジェットエンジンコンプレッサの使用条件を想定して、 300°C において比強度 $28\text{kgf/mm}^2/\text{g/cm}^3$ と従来の合金に対し30%近く高強度で10%を越える延性があり、かつ熱間加工条件下で優れた超塑性を示す合金を開発した。

この合金の設計には新たに開発された手法を用い、 $\alpha \cdot \beta$ 相を強化するために合金元素の複合添加を積極的に行って8元素の合金とした¹⁾。このような高合金においては偏析が著しくなり特性の低下を起こすことが知られている。

そこで、本合金部材の製造技術として粉末冶金の手法を用いることにより偏析を抑えて特性を改善し、また粉末を微粒化、急冷化することで、固化体の超塑性特性を改善し得ると思われる。

我々はこのような観点から粉末の製造技術を検討し、超塑性鍛造により複雑形状品モデルを試作した。

II 実験方法

金材研の開発した表1に示す組成の Ti-Al-V-Sn-Zr-Mo-Cr-Fe 系合金 GT33 をプラズマ溶解し、機械加工して粉末製造用のビレットとした。これを図1に示す遠心アトマイザにより粉末化した。これはPREP(Plasma Rotary Electrode Process) 装置の一種である²⁾。この装置の加熱系、ビレット駆動系、冷却系を改善して粉末に対する影響を調べた。熱源としては当初プラズマ電子ビームを用い、機械駆動であったが³⁾、後に逐次改造を行った。得られた粉末の、マイクロトラックによる粒度分布測定、SEMによるセル寸法の測定等を行った。

この粉末を SUS304 製缶体に真空封入してHIPを行い、引張り・圧縮試験により超塑性特性を調べた。この固化体を恒温鍛造設備を用いて超塑性条件下で鍛造し、ブレードとディスクの一体化した複雑形状ディスクを製造した。この鍛造体以後熱処理を行い、2 段階溶体化+時効により強度、延性を改善することを試みた。また、この熱処理を行う過程で部分的に水素化・脱水素化を行うことにより、ディスクのボス部が微細組織で高強度、ブレード部分が粗大組織で耐クリープ性となるデュアルプロパティディスクを試作した。

Fig.1 PREP Machine.

III 結果と考察

III-1 粉末製造

得られた粉末の断面SEM像を図2に、分析結果を表1に示す。PREP法により製造された粉末は球形であり酸素汚染等の少ない粉末が得られている。図1のアトマイザにおいてビレット回転系を、当初のチャンパー外モータと増速機の組合せから、チャンパー内の磁気スピンドルへ変更した⁴⁾。これによって許容アンバランスが数倍拡大し、また

慣性主軸廻りに回転できるようになったため、ビレット周速を上げることができた。この改善によって、粉末の粒度分布は、図3の如く変化した。150 μm を越える粗い粒分が著しく減少して粒度分布が狭くなっている。更に平均粒径は、初期の180 μm から85 μm に減少した。

また、上記改善と平行して、プラズマソースガス流量、電極間距離の制御等を行って、雰囲気圧力を逐次増加させ、更に粉末の飛翔経路にHeガスを噴射して粉末を冷却するような装置を改造した。この粉末の飛翔速度の増大、粒径の減少、冷却方法の改善により、粉末の下部組織であるセル寸法は図4に示すように低下し、又、粒径に対する依存度も低下した。粉末のセル寸法と冷却速度との関係を表す実験式及び対流熱伝達にもとづく計算から、粉末の冷却速度は $10^2 \sim 10^3$ $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ から $10^4 \sim 10^5$ $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ に増加したと考えられる^{5) 6)}。

	Al	V	Sn	Zr	Mo
SPEC	6.5 $\pm$ 0.3	1.4 $\pm$ 0.2	1.4 $\pm$ 0.2	1.0 $\pm$ 0.2	2.9 $\pm$ 0.2
Billet	6.60	1.40	1.40	1.00	3.00
Powder					
	Cr	Fe	O	C	Ti
SPEC	2.1 $\pm$ 0.2	1.7 $\pm$ 0.2	0.1-0.2	max 0.15	Bal.
Billet	2.20	1.60	0.14		Bal.
Powder			0.12	0.008	

(wt%)

Table 1 Chemical analysis of GT33 billet and powder.

Fig.2 Cross-section of GT33 powder.

Fig.5 Microstructure of HIP'ed preform.

Ⅲ-2 HIP材の超塑性特性

粉末のHIPによる緻密化過程は多くの機構の複合過程であるが、粒径の減少及び微細組織化による変形抵抗の減少は緻密化条件を緩和し、結果的に粒成長を抑制してHIP組織の微細化に結びつく。図3に示す粉末の微細化に対応してHIP温度は、50℃低下し得た。740℃、2000 atm、3時間のHIP処理により得られた組織を図5に示す。わずかにPPB又は、旧β粒界が現れているが粒径1 μm程度の微細組織が得られている⁷⁾。

粉末及びHIP条件の変化に伴う超塑性特性の変化を図6、図7に示す。図6は平均粒径180 μmの初期の粉末を用い、速度急変法により引張り試験を行ったものである。変形抵抗の歪速度依存指数 m 値は、HIP状態では0.4で歪速度に対する依存性は小さいが、鍛造を行うことにより、 10^{-3} s^{-1} 以下の歪速度で $m=0.8$ 程度と著しく改善される。これは、歪を加えることでPPBが破壊されたことに対応していると考えられる。

図7は、図4中の粉末(rot. speed 79m/s, P. 300Torr)を粒度別にふるい分けし、前記したHIP条件で処理した試料の圧縮試験結果である。850℃、 $5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ における最大変形抵抗は、150メッシュ以下の粉末では、1.8 kgf/mm²と、比較溶解材の3.5 kgf/mm²の1/2へと低下している。この値は図6の鍛造前後のそれぞれの値と近く、溶解材と同等の変形抵抗であったHIP材が、粉末の改良により、この条件下での定常結晶粒径に近い組織を有するに至ったことを示している。

この材料の全伸び試験片の写真を図8に示す。本合金では850℃においてα相とβ相が等量となり超塑性のピークを持つように設計されているが、実験値からも設計通りの特性を示している。これらの粉末、HIP材の特性を、まとめて表2に示す。表中にはHIP/STA材の特性も示す。粉末の改善により著しい特性の向上が見られる。

Fig.7 Flow stress of HIP'ed preform and wrought material as reference material.

Fig.8 Superplastic elongation of tensile specimen at $8.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$.

Ⅲ-3 超塑性鍛造

表2に示すようにHIP/STAで高強度部材を製造し得るようになったが、一般的に回転体用途には、信頼性向上のため鍛造工程が必須と考えられている。そこで、恒温鍛造設備を製作し、有限要素法によりディスクの超塑性鍛

造シミュレーションを行い⁸⁾、鍛造方案を検討した。

この結果をもとに、 $\phi 400\text{mm}$ の形状複雑度の高いブレード付ディスク(blisk)を試作した。金型にはIN100を用い組合せ入れ子金型へ側方押出する型式とした。鍛造温度は変形抵抗を下げるために 900°C とした。鍛造速度は素材が、翼形成用の入れ子型にあたるまでは、ウェブ厚基準で $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ とし、それ以後は $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ とした。金型の許容荷重1600tonfに到達後は、クリープ鍛造を行って鍛造時間の短縮を図った鍛造時間は約40分であった。

得られた翼付ディスクとプリフォームを図9に示す。この結果から、超塑性鍛造を利用することで低鍛造力で良好な型充填が得られ、複雑形状品を製造し得ることが分かった。

Fig.9 HIP'ed preform and superplastically forged blisk.

Ⅲ-4 後熱処理

超塑性鍛造体の後熱処理を行い、強度・クリープ特性を評価した。

パンケーキ鍛造材では、 $850^\circ\text{C} \times 1\text{hr}$ W.Q.の溶体化処理と $565 \sim 600^\circ\text{C} \times 4\text{hr}$ A.C.の時効処理の組合わせによって目標値を達成し得た。

しかし、ディスクより切出した試験片では延性が不足であった。そこで、Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo合金等で用いられる

	Powder			σ grain size(HIP) / μm	superplasticity(850°C)		Tensile test ⁵⁾ HIP+STA	
	Particle size / μm	Rot. speed /m/s	Pressure /Torr		Flow stress /kgf/mm ² ³⁾ steady(max)	Total Elongation/% ⁴⁾	UTS /kgf/mm ²	Elongation/%
1	180	48	50	6 ¹⁾	2.5(3.3)	270	100	0.7
2	85	79	300	1 ²⁾	1.8(1.8)	510	146	6.0

1) HIP $800^\circ\text{C} \times 2000\text{atm} \times 3\text{hr}$

2) HIP $740^\circ\text{C} \times 2000\text{atm} \times 3\text{hr}$

3) 850°C $5 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$

4) 850°C $8.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$

5) 300°C $3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$, STA $850^\circ\text{C} \times 1\text{hr}$ W.Q. $565^\circ\text{C} \times 4\text{hr}$ A.C.

Table 2 Improvement of characteristics of powder and HIP'ed preform.

2段溶体化時効処理を行った¹⁰⁾。結果を図10に示す。1段目の溶体化温度が高いものほど強度が大きい。また、伸びについてはバラツキが大きい。このデータの中で、900℃ W.Q. / 850℃ W.Q. の2段溶体化処理、565℃ A.C.の時効処理によって 300℃での比強度 28.6km(抗張力 133 kgf/mm²)、伸び 11.3 %と目標値に到達している。

ジェットエンジンのディスクは、ボス部においては、低サイクル疲労が、リム部においては耐クリープ性が要求される。この特性には、それぞれ $\alpha + \beta$ 等軸組織、 β 変態組織が優れていることが知られている。一方、図10において、2段溶体化処理を行った試料でも結晶粒径は数 μm であり、超塑性特性に優れる微細組織は、クリープ特性に優れる通常の組織に戻しにくいことが明らかとなった。

Fig.10 Mechanical properties of double solution treated and aged specimen at 300°C.

そこで、HDH法による組織の改質を検討した。Ti-H系状態図で、850℃では 0.2wt%の水素吸収により組織は β 単相化する。これを利用して β 粒径の粗大化を行い、冷却条件を制御して組織を制御した結果を図11に示す。このように標準の熱処理サイクルを用いて組織制御が行えたので、ディスクを部分遮蔵して上記の要求特性を各部位が満足できるデュアルプロパティディスクを試作した。得られたディスクのマクロ組織を図12に示す。ディスクリム部の、

500℃, 40kgf/mm²における寿命、伸び、絞りはそれぞれ、162hr, 10.4%, 16.7%とボス部の3倍に改善された¹¹⁾。

850°C×2hr F.C.

Cooling rate 0.1°C/sec

Hydride-30min

Dehydride-1.5hr

850°C×2hr F.C.

Cooling rate 0.1°C/sec

Fig.11 Microstructure of partial HDH treated disc.

as forged

Dual property disc by partial HDH process

Fig.12 Macrostructure of partial HDH treated disc.

IV まとめ

金材研の開発したTi合金 GT-33を用いて次の結果を得た。

- 1) PREP法により、ピレット周速を上げることで粉末を微粒化し、更に飛行経路に冷却用Heガスを噴射することで急冷度を増し微細組織化できた。
- 2) この結果、HIP温度を 800℃から 740℃に低下でき、組織は 6 μm から 1 μm に微細化した。圧縮変形抵抗は 1/2に、超塑性伸びは 2 倍に改善された。
- 3) 固化体を超塑性条件下で鍛造し、 $\phi 400\text{mm}$ のブレード付きディスクを1600Tの鍛造力で成形できた。
- 4) 鍛造材のDSTA材は 300℃において抗張力133.1kgf/mm² 伸び11.3%と優れた特性を示した。
- 5) 超塑性鍛造ディスクを部分遮蔽してHDH処理を行うことにより、ブレード部を耐クリープ性とし、ボス部を高強度としたデュアルプロパティディスクを製造し得た。

謝辞 本研究は工業技術院「次世代産業基盤制度」のもとに行われたものであり、関係各位に感謝致します。

文献

- 1) 小野寺, 山県, 大野, 山崎: 鉄と鋼, 72(1986), 284
- 2) F. H. Froes and J. E. Smugeresly (Eds): Powder Metallurgy of Titanium Alloys, AIME, 1982
- 3) Y. Nishino, T. Kimura, F. Noda, T. Yamauchi: Progress in Powder Metallurgy, Vol. 41(1986), 509
- 4) T. Kimura, T. Negishi: Proc. 2nd Int. Symp. on Mag. Brg. (1990, 7), 101
- 5) S. J. Savage and F. H. Froes: J. of Metals, 36-4(1980), 20
- 6) F. H. Froes and R. G. Rowe: Rapidly Solidified Alloys and their Mechanical and Magnetic Properties, Materials Research Society, 58(1986), 307
- 7) 木村: 第7回次世代産業基盤技術シンポジウム予稿集(1989), 111
- 8) 高橋, 木村, 山内: 第39回塑加連講論, (1988), 415
- 9) 山内, 木村, 西野: 第37回塑加連講論, (1986), 117
- 10) 伊藤, 森口, 西村: 鉄と鋼, 72(1986), 91
- 11) 山崎編: 高性能結晶制御合金技術ハンドブック, (1991), 日本規格協会, 551